

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-214272

(43)Date of publication of application : 07.08.2001

(51)Int.Cl.

C23C 16/44  
H01L 21/205

(21)Application number : 2000-304132

(71)Applicant : TOKYO ELECTRON LTD

(22)Date of filing : 03.10.2000

(72)Inventor : HASEGAWA TOSHIO  
KASAI SHIGERU  
HATANO TATSUO  
NAITO YOSUKE  
TSUDA EINOBUKE

(30)Priority

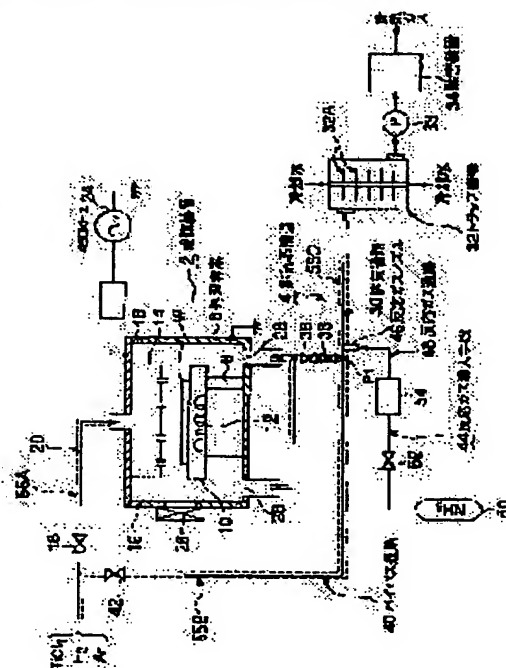
Priority number : 11333433 Priority date : 24.11.1999 Priority country : JP

## (54) EXHAUST SYSTEM STRUCTURE OF FILM FORMING DEVICE AND METHOD OF REMOVING IMPURITY GAS

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide an exhaust system structure for a film forming device, with which unreacted source gases, reaction by-products of the source gases, or the like can be completely removed.

**SOLUTION:** In an exhaust system structure 4 of a film forming device 2 for forming a film on a body W to be treated using a gaseous high melting point metal compound, an exhaust passage 30 connected to the film forming device 2, a trap mechanism 32 for removing impurity gases contained in the exhaust gas, which is interposed in the exhaust passage 30 and a reaction gas-introducing means 44 for introducing a reaction gas reacting with the impurity gases mentioned above into the trap mechanism 32 or the exhaust passage 30 mentioned above, whose means is provided at the trap mechanism 30 or at the upstream side of the trap mechanism 32 in the exhaust passage 30, are installed. Thereby, unreacted source gases, reaction by-products of the source gases, or the like can be completely removed.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-214272

(P2001-214272A)

(43)公開日 平成13年8月7日(2001.8.7)

(51)IntCl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テマコード(参考)

C 2 3 C 16/44

C 2 3 C 16/44

J 4 K 0 3 0

H 0 1 L 21/205

H 0 1 L 21/205

E 5 F 0 4 5

審査請求 未請求 請求項の数13 O L (全 13 頁)

(21)出願番号 特願2000-304132(P2000-304132)

(22)出願日 平成12年10月3日(2000.10.3)

(31)優先権主張番号 特願平11-333433

(32)優先日 平成11年11月24日(1999.11.24)

(33)優先権主張国 日本(J P)

(71)出願人 000219967

東京エレクトロン株式会社

東京都港区赤坂5丁目3番6号

(72)発明者 長谷川 敏夫

山梨県韭崎市穂坂町三ツ沢650番地 東京

エレクトロン山梨株式会社内

(72)発明者 河西 繁

山梨県韭崎市藤井町北下条2381番地の1

東京エレクトロン山梨株式会社内

(74)代理人 100090125

弁理士 浅井 章弘

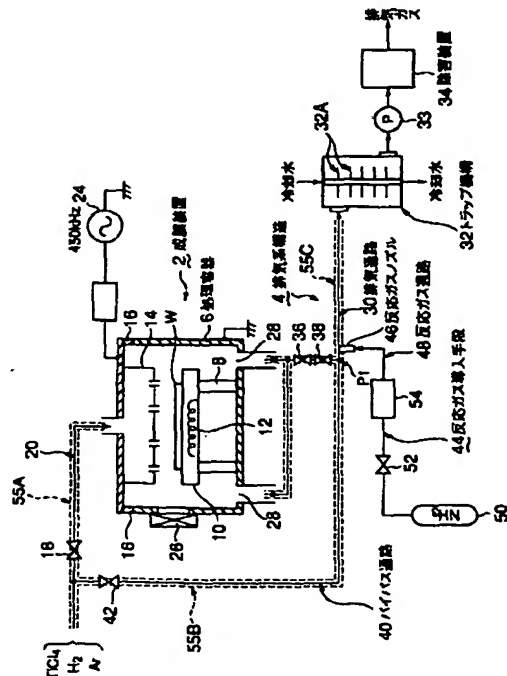
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 成膜装置の排気系構造及び不純物ガスの除去方法

(57)【要約】

【課題】 未反応の原料ガスやその反応副生成物等を完全に除去することが可能な成膜装置の排気系構造を提供する。

【解決手段】 高融点金属化合物ガスを用いて被処理体Wに成膜処理を施す成膜装置2の排気系構造4において、前記成膜装置に接続された排気通路30と、この排気通路に介設されて排気ガス中に含まれる不純物ガスを除去するためのトラップ機構32と、このトラップ機構、或いはこのトラップ機構よりも上流側の前記排気通路に設けられて前記トラップ機構内、或いは前記排気通路内に前記不純物ガスと反応する反応ガスを導入する反応ガス導入手段44とを備える。これにより、未反応の原料ガスやその反応副生成物等を完全に除去する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 高融点金属化合物ガスを用いて被処理体に成膜処理を施す成膜装置の排気系構造において、前記成膜装置に接続された排気通路と、この排気通路に介設されて排気ガス中に含まれる不純物ガスを除去するためのトラップ機構と、このトラップ機構、或いはこのトラップ機構よりも上流側の前記排気通路に設けられて前記トラップ機構内、或いは前記排気通路内に前記不純物ガスと反応する反応ガスを導入する反応ガス導入手段とを備えたことを特徴とする成膜装置の排気系構造。

【請求項2】 前記反応ガス導入手段は、前記成膜装置の排気口の近傍に位置させて設けられることを特徴とする請求項1記載の成膜装置の排気系構造。

【請求項3】 前記高融点金属化合物は、チタン含有ガスとタングステン含有ガスとタンタル含有ガスの内のいずれか1つであることを特徴とする請求項1または2記載の成膜装置の排気系構造。

【請求項4】 前記反応ガスは、アンモニアガスと酸素含有ガスと水蒸気の内の少なくともいずれか1つであることを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の成膜装置の排気系構造。

【請求項5】 前記トラップ機構或いは前記トラップ機構よりも上流側の前記排気通路には、前記トラップ機構内の反応副生成物と反応して酸化させる酸化性ガスを導入する酸化性ガス導入手段が設けられることを特徴とする請求項1乃至4のいずれかに記載の成膜装置の排気系構造。

【請求項6】 高融点金属化合物ガスを用いて被処理体に成膜処理を施す成膜装置から排出される排気ガス中の不純物ガスを除去する不純物ガスの除去方法において、前記排気ガス中に前記不純物ガスと反応を起こし易い反応ガスを混入させて反応生成物を形成し、この反応生成物をトラップ機構によって捕獲するようにしたことを特徴とする不純物ガスの除去方法。

【請求項7】 高融点金属化合物ガスを用いて被処理体に成膜処理を施す成膜装置の排気系構造において、前記成膜装置に接続された排気通路と、前記排気通路に介設された排気ガス中に含まれる不純物ガスを反応副生成物として除去するトラップ機構と、このトラップ機構或いは前記トラップ機構よりも上流側の前記排気通路に設けられて前記トラップ機構内の反応副生成物と反応して酸化させる酸化性ガスを導入する酸化性ガス導入手段とを備えたことを特徴とする成膜装置の排気系構造。

【請求項8】 前記トラップ機構を迂回するように前記成膜装置側へ接続されたバイパス通路を有することを特徴とする請求項7記載の成膜装置の排気系構造。

【請求項9】 高融点金属化合物ガスを用いて被処理体に成膜処理を施す成膜装置から排出される排気ガス中の不純物ガスを反応副生成物としてトラップ機構により除去する不純物ガスの除去方法において、前記反応副生成

物に酸化性ガスを接触させて酸化させることにより前記反応副生成物を安定化させるようにしたことを特徴とする不純物ガスの除去方法。

【請求項10】 前記トラップ機構内にて前記酸化性ガスと前記反応副生成物とを接触させている時には、前記トラップ機構を迂回するように設けた排気バイパス通路を介して逆拡散係数が大きい状態で前記成膜装置側を真空引きすることを特徴とする請求項9記載の不純物ガスの除去方法。

【請求項11】 前記反応副生成物を安定化させる工程は、前記トラップ機構内に真空引き時よりも高い圧力で前記酸化性ガスを閉じ込めるステップと、前記閉じ込めた酸化性ガスを排気するステップとを順次複数回繰り返すことを特徴とする請求項9または10記載の不純物ガスの除去方法。

【請求項12】 前記高融点金属化合物は、チタン含有ガスとタングステン含有ガスとタンタル含有ガスの内のいずれか1つであることを特徴とする請求項9乃至11のいずれかに記載の不純物ガスの除去方法。

【請求項13】 前記酸化性ガスは、酸素含有ガスと水蒸気の内の少なくともいずれか1つであることを特徴とする請求項9乃至12のいずれかに記載の不純物ガスの除去方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、成膜装置の排気系構造及び不純物ガスの除去方法に関する。

【0002】

【従来の技術】一般に、ICなどの集積回路や論理素子を形成するためには、半導体ウエハ、ガラス基板、LCD基板等の表面に、所望の薄い成膜を施す行程やこれを所望のパターンにエッチングする行程が繰り返して行なわれる。ところで、成膜工程を例にとれば、この工程においては、所定の処理ガス（原料ガス）を処理容器内にて反応させることによってシリコンの薄膜、シリコンの酸化物や窒化物の薄膜、或いは金属の薄膜、金属の酸化物や窒化物の薄膜等を被処理体の表面に形成するが、この成膜反応と同時に余分な反応副生成物が発生し、これが排気ガスと共に排出されてしまう。また、未反応の処理ガスも排出される。

【0003】この反応副生成物や未反応の処理ガスは、そのまま大気中に放出されると環境汚染等の原因になることから、これを防止するために一般的には処理容器から延びる排気ガス系にトラップ機構を介設し、これにより排気ガス中に含まれている反応副生成物や未反応の処理ガス等を捕獲して除去するようになっている。このトラップ機構の構成は、捕獲除去すべき反応副生成物等の特性に応じて種々提案されているが、例えば常温で液化乃至固化して凝縮する反応副生成物を除去する場合には、このトラップ機構はその一例として排気ガスの導入

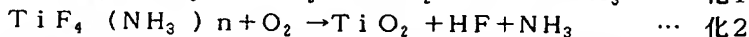
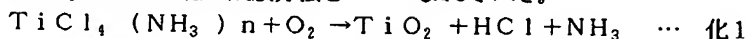
口と排出口を有する筐体内に多数のフィンを設けて構成されている。そして、このフィンは、排気ガスの流れる方向に対して、順次配列してこれらのフィン間を排気ガスが通過する時に排気ガス中の反応副生成物等をフィン表面に付着させて捕獲するようになっている。また、このフィンを冷却流体等により冷却して捕獲効率を上げることが行なわれている。

【0004】ここで、原料ガスとして高融点金属ハロゲン化合物の $TiCl_4$ （四塩化チタン）を用いて $Ti$ 金属膜を成膜する場合を例にとって説明すると、原料ガスとしては $TiCl_4$ の他に $H_2$ ガスを用い、これを $Ar$ ガスの存在下にてプラズマにより活性化して水素で還元し、 $Ti$ 膜を半導体ウエハ表面に堆積させている。この時、反応副生成物として $TiCl_x$ （ $x < 4$ ）が発生し、また、未反応の $TiCl_4$ ガスも存在し、これらの $TiCl_x$ や $TiCl_4$ 等が排気ガスに含まれて流出する。これらの $TiCl_x$ や $TiCl_4$ 等は大気汚染等の原因となる不純物ガスであることから、上記したようなトラップ機構により捕獲されることになる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところで、上記した未反応ガスである $TiCl_4$ や反応副生成物である $TiCl_x$ 等の不純物ガスは、比較的蒸気圧が高いため、上述したようにトラップ機構内を冷却していても、このトラップ機構内で完全に捕獲して除去することがかなり困難であり、十分な回収率が得られない場合があった。このため、トラップ機構よりも下流側に設けられている除害装置で、上記トラップ機構を通り抜けた不純物ガスを完全に除去して無害化するためにかなりの負担がかかり、この除害装置のランニングコストが高騰するのみならず、この除害装置自体の寿命も短くなる、といった問題があった。このような問題は、 $TiCl_4$ や $WF_6$ や $(Ta(OE)_5)_2$ （ペントエトキシタンタル）などの高融点金属化合物ガスを用いる成膜装置の共通の問題である。

【0006】また、 $TiCl_4$ を用いる他の成膜方法と



本発明は、以上のような問題点に着目し、これを有効に解決すべく創案されたものである。本発明の目的は、未反応の原料ガスやその反応副生成物等を完全に除去することが可能な成膜装置の排気系構造及び不純物ガスの除去方法を提供することにある。本発明の他の目的は、トラップ機構で捕獲された反応副生成物を安定化させることができる不純物ガスの除去方法及び成膜装置の排気系構造を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】請求項1に規定する発明は、高融点金属化合物ガスを用いて被処理体に成膜処理を施す成膜装置の排気系構造において、前記成膜装置に

して、 $TiN$ 膜を成膜する方法が知られている。すなわち、原料ガスとして高融点金属ハロゲン化合物の $TiCl_4$ （四塩化チタン）を用いて $TiN$ 膜を成膜する場合を例にとって説明すると、原料ガスとしては $TiCl_4$ の他に $NH_3$ ガスを用い、両ガスを反応させることによって $TiN$ 膜を半導体ウエハ表面に堆積させている。この時、反応副生成物として $NH_4Cl$ や $TiCl_4$ （ $NH_3$ ） $_n$ （ $n$ は正の整数）が発生し、また、未反応の $TiCl_4$ ガスも存在し、これらのガス成分は排気ガスに含まれて流出し、上記したようなトラップ機構により捕獲されることになる。

【0007】また、成膜装置の処理容器の内壁面や容器内構造物の表面には、上記成膜処理に伴ってパーティクルの原因となる不要な膜が付着するので、必要に応じて定期的に、或いは不定期的にクリーニングガスを処理容器内へ流して上記不要な膜を除去するクリーニング操作が行われる。この場合、クリーニングガスとして種々のフッ素ハロゲン系ガス、例えば $ClF_3$ ガスが用いられる。この $ClF_3$ ガスは、上記容器内壁面等に付着した不要な膜をエッチングにより除去すると同時に、トラップ機構内にて捕獲されている $TiCl_4$ （ $NH_3$ ） $_n$ 反応副生成物と反応して別の反応副生成物である $TiF_4$ （ $NH_3$ ） $_n$ 等を形成することになる。

【0008】ところで、上述したように、トラップ機構内には反応副生成物として $NH_4Cl$ 、 $TiCl_4$ （ $NH_3$ ） $_n$ 、 $TiF_4$ （ $NH_3$ ） $_n$ 等が順次蓄積して行くので、このトラップ機構は定期的に、或いは不定期的に真空排気系より取り外し、内部を開放して上記反応副生成物を洗浄により除去することが行われる。この場合、トラップ機構を開放する時、 $NH_4Cl$ は比較的安定していることからそれほど問題は生じないが、 $TiCl_4$ （ $NH_3$ ） $_n$ や $TiF_4$ （ $NH_3$ ） $_n$ は大気中の酸素と接触すると、下記の化1、化2に示すように、人体に対して好ましくない影響を与える $HCl$ ガス、 $HF$ ガス、 $NH_3$ ガスを発生することから、何らかの対策が望まれていた。

接続された排気通路と、この排気通路に介設されて排気ガス中に含まれる不純物ガスを除去するためのトラップ機構と、このトラップ機構、或いはこのトラップ機構よりも上流側の前記排気通路に設けられて前記トラップ機構内、或いは前記排気通路内に前記不純物ガスと反応する反応ガスを導入する反応ガス導入手段とを備えるようにしたものである。これにより、反応ガス導入手段から反応ガスをトラップ機構、或いはその上流側の排気通路内へ導入するようにしたので、この反応ガスは排気ガス中の不純物ガスと反応して、これよりも蒸気圧が小さな反応生成物となり、この反応生成物は、元の不純物ガスよりも蒸気圧が小さいので、トラップ機構により容易に

凝縮させて液化し、捕獲することが可能となる。

【0010】この場合、請求項2に規定するように、前記反応ガス導入手段を、前記成膜装置の排気口の近傍に位置させて設けることにより、排気ガスがトラップ機構に到達するまでの間に、反応ガスと排気ガスとの混合拡散が促進されるので、その分、反応が促進し、高融点金属化合物ガス等の不純物ガスをより確実に捕獲して除去することが可能となる。また、請求項3に規定するように、例えば前記高融点金属化合物は、チタン含有ガスとタングステン含有ガスとタンタル含有ガスの内のいずれか1つである。また、請求項4に規定するように、例えば前記反応ガスは、アンモニアガスと酸素含有ガスと水蒸気の中の少なくともいずれか1つである。

【0011】また、請求項5に規定するように、前記トラップ機構或いは前記トラップ機構よりも上流側の前記排気通路には、前記トラップ機構内の反応副生成物と反応して酸化させる酸化性ガスを導入する酸化性ガス導入手段が設けられる。これによれば、トラップ機構を排気系から外す前に、この排気系に酸化性ガスを流すことにより不安定な反応副生成物を酸化してこれを安定化させることができる。これにより、トラップ機構を排気系より取り外して、これを安全に開放して内部を洗浄等することが可能になる。更に、請求項6に規定する発明は、上記成膜装置の排気系構造で行なわれる方法発明を規定したものであり、高融点金属化合物ガスを用いて被処理体に成膜処理を施す成膜装置から排出される排気ガス中の不純物ガスを除去する不純物ガスの除去方法において、前記排気ガス中に前記不純物ガスと反応を起こし易い反応ガスを混入させて反応生成物を形成し、この反応生成物をトラップ機構によって捕獲するようにしたものである。

【0012】請求項7に係る発明は、高融点金属化合物ガスを用いて被処理体に成膜処理を施す成膜装置の排気系構造において、前記成膜装置に接続された排気通路と、前記排気通路に介設された排気ガス中に含まれる不純物ガスを反応副生成物として除去するトラップ機構と、このトラップ機構或いは前記トラップ機構よりも上流側の前記排気通路に設けられて前記トラップ機構内の反応副生成物と反応して酸化させる酸化性ガスを導入する酸化性ガス導入手段とを備えたことを特徴とする成膜装置の排気系構造である。この場合、例えば請求項8に規定するように、前記トラップ機構を迂回するように前記成膜装置側へ接続されたバイパス通路を有するようにしてもよい。請求項9に係る発明は、上記装置発明を用いて実施される方法発明であり、すなわち、高融点金属化合物ガスを用いて被処理体に成膜処理を施す成膜装置から排出される排気ガス中の不純物ガスを反応副生成物としてトラップ機構により除去する不純物ガスの除去方法において、前記反応副生成物に酸化性ガスを接触させて酸化させることにより前記反応副生成物を安定化させ

るようにする。

【0013】このように、トラップ機構を排気系から外す前に、この排気系に酸化性ガスを流すことにより不安定な反応副生成物を酸化してこれを安定化させることができる。これにより、トラップ機構を排気系より取り外して、これを安全に開放して内部を洗浄等することが可能になる。この場合、例えば請求項10に規定するように、前記トラップ機構内にて前記酸化性ガスと前記反応副生成物とを接触させている時には、前記トラップ機構を迂回するように設けたバイパス通路を介して逆拡散係数が高い状態で前記成膜装置側を真空引きする。これにより、成膜装置側へ酸化性ガスが逆拡散して流入することを防止することができるので、例えば成膜装置の処理容器内壁等に形成してあるプリコート膜等が酸化性ガスにより変質されることを防止することが可能となる。

【0014】また、例えば請求項11に規定するように、前記反応副生成物を安定化させる工程は、前記トラップ機構内に真空引き時よりも高い圧力で前記酸化性ガスを閉じ込めるステップと、前記閉じ込めた酸化性ガスを排気するステップとを順次複数回繰り返すようにしてもよい。これによれば、真空引き時よりも高い圧力で酸化性ガスをトラップ機構内に閉じ込めるようにしているので、反応副生成物と酸化性ガスとの反応が促進されることになり、反応副生成物の安定化操作を迅速に行うことが可能となる。この場合、例えば請求項12に規定するように、前記高融点金属化合物は、チタン含有ガスとタングステン含有ガスとタンタル含有ガスの内のいずれか1つである。また、例えば請求項13に規定するように、前記酸化性ガスは、酸素含有ガスと水蒸気の中の少なくともいずれか1つである。

【0015】

【発明の実施の形態】以下に、本発明の成膜装置の排気系構造及び不純物ガスの除去方法の一実施例を添付図面に基づいて詳述する。図1は本発明に係る成膜装置の排気系構造を示す構成図、図2は反応ガスノズルの取り付け状態を示す断面図である。本実施例では、被処理体としての半導体ウエハの表面に高融点金属化合物ガスとして高融点金属ハロゲン化合物ガスである $TiCl_4$ ガスを用いてプラズマCVD (Chemical Vapor Deposition) によりTi膜を成膜する場合を例にとって説明する。図1に示すように、この成膜システムは、半導体ウエハWに対してTi膜の成膜を実際に施す成膜装置2と、この成膜装置2内の雰囲気気を真空引きして排気する排気系構造4とにより主に構成される。

【0016】まず、成膜装置2について説明すると、この成膜装置2は、例えばアルミニウム製の筒体状の処理容器6を有しており、この処理容器6は接地されている。この処理容器6内には、底部より導電性の支柱8を介して載置台10が設けられており、この上面に半導体

ウエハWを載置して保持するようになっている。この載置台10は、例えばNi等の導電性材料よりなっており下部電極を兼用するものであり、内部には、半導体ウエハWを加熱する抵抗加熱ヒータ12が埋め込まれている。

【0017】また、処理容器6の天井部には、原料ガス等の必要なガスを処理容器6内へ導入するシャワーヘッド14が絶縁材16を介して設けられており、このシャワーヘッド14には、途中に供給側開閉弁18を介設したガス供給通路20が接続されて、それぞれ流量制御された $TiCl_4$ ガス、 $H_2$ ガス、Arガス等の必要なガスを供給できるようになっている。尚、各ガスをそれぞれ独立した供給通路から供給するようにしてもよい。また、このシャワーヘッド14は、上部電極を兼ねるものであり、これには、マッチング回路22を介して例えば450kHzの高周波電源24が接続されて、載置台10とシャワーヘッド14との間に高周波によるプラズマを発生させるようになっている。また、処理容器6の側壁には、ウエハWの搬出入を行なうゲートバルブ26が設けられ、底部周辺部には排気口28が設けられる。

【0018】一方、上述のように形成された成膜装置2に接続される排気系構造4は、上記排気口28に接続される、例えば内径が10cm程度ステンレス製の排気通路30を有している。この排気通路30には、排気ガス中の不純物ガスを除去するためのトラップ機構32、処理容器6内の雰囲気気を真空引きする真空ポンプ33及び排気ガス中に残留する不純物ガスを完全に除去する除害装置34が、この順序で下流側に向けて順次介設されている。また、この排気通路30の最上流側には、この排気通路30を開閉する排気開閉弁36及び排気通路30の流路面積を制御する圧力制御弁38がそれぞれ介設される。また、前記ガス供給通路20と上記圧力制御弁38の直ぐ下流側の排気通路30とを連絡するようにして、途中にバイパス開閉弁42を介設したバイパス通路40が接続されており、ガス流量を安定化させる時などに流す原料ガスを、処理容器6を経ることなく直接的に排気通路30側へ廃棄するようになっている。

【0019】そして、上記排気口28の近傍の排気通路30、具体的には、上記バイパス通路40の排気通路30に対する接続部P1の直ぐ下流側には、本発明の特徴とする反応ガス導入手段44が接続されている。具体的には、この反応ガス導入手段44は、図2にも示すように上記排気通路30内にその側壁を貫通させて先端を挿入した反応ガスノズル46と、これに接続された反応ガス通路48と、反応ガス源50とにより構成される。そして、この反応ガス通路48には、反応ガス開閉弁52及び反応ガスの流量を制御する流量制御器54が順次介設される。この反応ガスとしては、排気ガス中に含まれる不純物ガス、ここでは $TiCl_4$ ガスと反応して元のガスよりも蒸気圧が低くなるような化合物を形成するガス、すなわちここでは $NH_3$ （アンモニア）ガスが用い

られる。

【0020】また、上記トラップ機構32には、常温の、或いは図示例のように冷却水により冷却される多数のフィン32Aが設けられる。そして、上記ガス供給通路20、バイパス通路40及びトラップ機構32よりも上流側の排気通路30には、それぞれ図中点線で示すようにテープヒータ55A、55B、55Cが巻回されて、それぞれの通路を所定の温度に加熱しており、通路内でガス成分が凝縮して液化することを防止している。

【0021】次に、以上のように構成された成膜装置と排気系構造に基づいて行なわれる不純物ガスの除去方法について説明する。まず、Ti膜の成膜時には、処理容器6内の載置台10上に半導体ウエハWを載置し、そして、これを所定の温度に昇温加熱維持する。これと同時に、下部電極である載置台10と上部電極であるシャワーヘッド14との間に高周波電圧を印加し、また、シャワーヘッド14から $TiCl_4$ ガス、 $H_2$ ガス、Arガス等の所定のガスを流量制御しつつ流し、処理空間にプラズマを立ててTi膜の成膜を行なう。これと同時に、排気系構造4も駆動して処理容器6内の雰囲気気を真空引きして内部を所定の圧力に維持する。

【0022】この時のプロセス条件に関しては、ウエハサイズが8インチサイズと仮定すると、プロセス圧力は665Pa（≒5 Torr）、プロセス温度は650℃程度、 $TiCl_4$ ガスの流量は5 sccm程度、 $H_2$ ガスの流量は2000 sccm程度、Arガス流量は500 sccm程度である。上記Ti膜の成膜反応により、 $TiCl_4$ ガスは約10%程度消費されるが、残りの約90%程度は未反応ガスとして、また、 $TiCl_2$ や $TiCl_3$ やHClなどの反応副生成物として排気ガスと共に排気口28より排気通路30内へ流入してこれを流下し、排気ガスは更にトラップ機構32、真空ポンプ33及び除害装置34の順に順次流れて行く。ここで、上記未反応ガスや反応副生成物の内、特に $TiCl_4$ ガスは比較的蒸気圧が高いので、トラップ機構32で十分に除去しきれない場合がある。

【0023】そこで、本発明では、反応ガス導入手段44の反応ガスノズル46から反応ガスとして $NH_3$ ガスを排気通路30中に導入しており、これにより、 $NH_3$ ガスと主に $TiCl_4$ ガスを反応させて $TiCl_4 \cdot 2NH_3$ の錯体よりなる化合物を形成している。この錯体は、 $TiCl_4$ ガスよりもかなり蒸気圧が低く、例えば図3に示すように $TiCl_4$ ガスは21.3℃において1300Paであるが、上記錯体は21.3℃において $1 \times 10^{-4}$ Pa程度である。また、HClガスも $NH_3$ ガスと反応して $NH_4Cl$ ガスとなるが、これも蒸気圧が低い。尚、図3中には、 $TiCl_3$ 、 $NH_4Cl$ の蒸気圧曲線も併せて記載してある。

【0024】このように、主として未反応残留ガスを、 $NH_3$ ガスと反応させて蒸気圧の低い化合物に変換する



ようにしたので、また、反応副生成物である $\text{HCl}$ を $\text{NH}_3$ ガスと反応させて蒸気圧の低い化合物に変換するようにしたので、これをトラップ機構32内で容易に且つ略完全に凝縮固化させて、捕獲することが可能となる。この場合、トラップ機構32内の温度及び圧力は、上記蒸気圧曲線に基づいて上記錯体や $\text{NH}_4\text{Cl}$ 等の化合物を凝縮固化（液化）し得るような条件に設定しておけばよい。例えば、上記錯体に着目すると、トラップ機構32内の温度が $21.3^\circ\text{C}$ ならば、この圧力を $1300\text{Pa}$ 以下に設定すればよい。当然のこととして、収率をより高くするには、冷却水等によりフィン32Aをより低温に維持するのがよい。

【0025】この場合、他の反応副生成物、 $\text{TiCl}_2$ 、 $\text{TiCl}_3$ 及び $\text{NH}_4\text{Cl}$ 等は上記 $\text{TiCl}_4$ ガスよりも蒸気圧が低いので、これらの生成物もトラップ機構により捕獲されて除去されるのは勿論である。また、上記した不純物ガスを確実に除去するには、 $\text{TiCl}_4$ ガスの供給量 $5\text{ sccm}$ の2倍以上、例えば $10\text{ sccm}$ 以上の $\text{NH}_3$ ガスを供給するのが好ましい。このように、上記したような各不純物ガスの収率を向上させたので、トラップ機構32の下流側に位置する除害装置34のランニングコストも低減でき、また、この寿命も長期化できる。更に、真空ポンプ32内に上記不純物ガス成分が凝縮して付着することも防止できる。

【0026】また、ここでは、排気通路30の最も上流側に反応ガスノズル46を設けているので、排気ガスがトラップ機構32に到達するまでに反応ガスが排気ガス中に十分に拡散し、 $\text{TiCl}_4$ ガスとの反応を促進させることができるので、その分、更に収率を向上させることが可能となる。尚、トラップ機構32よりも上流側の排気通路30はテーブヒータ55Cにより、上記化合物の内で蒸気圧が最も高い $\text{TiCl}_4 \cdot 2\text{NH}_3$ 錯体の凝縮温度よりも高い温度、例えば $170^\circ\text{C}$ 程度に加熱されているので、これが途中で凝縮して配管詰まりを起こすこともない。また、成膜処理に先立って、 $\text{TiCl}_4$ ガス等の流れを安定化できる目的で、 $\text{TiCl}_4$ ガスを、処理容器6内へ流すことなくバイパス通路40を介して直接排気通路30へ流す場合もあるが、この場合にも、上記反応ガスとして $\text{NH}_3$ ガスを排気通路30内へ流すことにより、前述したように $\text{TiCl}_4$ ガスを確実に除去することができる。

【0027】また、上記実施例では、図2に示すように反応ガスノズル46の先端46Aは、排気通路30の側壁よりも僅かに内側に臨ませただけであるが、これに限定されず、例えば図4(A)に示すように反応ガスノズル46の先端46Aを排気通路30の断面の略中心に位置させ、導入した反応ガスの拡散を促進させるようにしてもよい。また、上記したようなバイパス構造のノズル形状に限定されず、図4(B)に示すように、ノズル46の先端にリング状の環状管56を接続し、この環状管5

6に多数のガス噴射孔58を設けて反応ガスを供給するようにしてもよいし、更には、図4(C)に示すように上記環状管56に連通させてクロス状に直管60を設け、この直管60にもガス噴射孔58を設けて反応ガスを供給するようにしてもよい。

【0028】図4(B)及び図4(C)に示す構造によれば、導入した反応ガスの拡散を一層高めることができ、収率を更に向上させることが可能となる。また、図1に示す装置例では、排気通路30の上流側に反応ガスノズル46を設けたが、これに限定されず、トラップ機構30よりも上流側の排気通路30ならどこでもよく、更には、図5に示すように、トラップ機構32自体に設けてもよい。このトラップ機構32に反応ガスノズル46を設ける場合には、できるだけこのトラップ機構32のガス導入口32Aの近傍に設けるのが、反応効率を上げる上から好ましい。

【0029】また、上記実施例では、 $\text{TiCl}_4$ ガスと $\text{H}_2$ ガスと $\text{Ar}$ ガス（プラズマ用）とを用いてプラズマCVDにより $\text{Ti}$ 膜を成膜する場合を例にとって説明したが、これに限定されず、例えば $\text{TiCl}_4$ ガスと $\text{NH}_3$ ガスとを用いて熱CVDにより $\text{TiN}$ 膜を成膜する場合にも本発明を適用し得る。この点については後述する。この場合、 $\text{NH}_3$ ガスが原料ガスとして予め含まれているが、 $\text{TiCl}_4$ ガスの流量安定化のために、 $\text{NH}_3$ ガスを流さないで $\text{TiCl}_4$ ガスのみをバイパス通路に流す場合もあるし、或いは、 $\text{NH}_3$ ガスを化学当量的に不足気味に流す場合もあるので、このような場合に、排気ガス中に残留する $\text{TiCl}_4$ ガスを、排気通路に導入した $\text{NH}_3$ ガスと反応させて確実に除去する。

【0030】更には、ここでは高融点金属ハロゲン化合物ガスとして $\text{TiCl}_4$ ガスを用いた場合を例にとって説明したが、他の化合物、例えば $\text{WF}_6$ を用いた場合にも適用することができる。例えば $\text{WF}_6$ ガスと $\text{NH}_3$ ガスを用いて $\text{WN}$ 膜を形成する場合、 $\text{WF}_6$ ガスと $\text{SiH}_4$ ガスを用いてタングステン膜を形成する場合、 $\text{WF}_6$ ガスと $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$ ガスを用いて $\text{WSi}$ 膜を形成する場合等にも、本発明を適用することができる。また、高融点金属化合物ガスとして高融点金属有機化合物ガスの $(\text{Ta}(\text{OE})_5)_2$ ガスをを用いた場合は、 $(\text{Ta}(\text{OE})_5)_2$ と $\text{O}_2$ により、 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 膜を形成する場合にも、本発明は適用可能である。更には、ここでは反応ガスとして $\text{NH}_3$ ガスを用いた場合を例にとって説明したが、これに代えて、 $\text{O}_2$ 含有ガス（純粋な酸素を含む）或いは $\text{H}_2\text{O}$ （水蒸気）を排気ガス中へ導入するようにしてもよい。この場合には、 $\text{TiCl}_4$ ガスが $\text{O}_2$ 含有ガス或いは $\text{H}_2\text{O}$ と化合して $\text{TiO}_2$ 化合物を形成することになる。この $\text{TiO}_2$ は蒸気圧がかなり低くて例えば排気通路30の加熱温度である $170^\circ\text{C}$ でも容易に凝縮固化するので、 $\text{O}_2$ 含有ガス或いは水蒸気を排気ガス中に供給する場合は、トラップ機構32内に直接導

入るのがよい。

【0031】次に、TiN膜を成膜する際に形成される反応副生成物を安定化させる方法について説明する。この方法は、後述するように前述したTi膜の形成時に発生する反応副生成物を安定化させる際にも用いることができる。図6は本発明に係る成膜装置の排気系構造の他の実施例を示す構成図である。本実施例では、被処理体としての半導体ウエハの表面に高融点金属化合物ガスとして高融点金属ハロゲン化合物ガスである $TiCl_4$ ガスと $NH_3$ ガスとを用いてCVD (Chemical Vapor Deposition) によりTiN膜を成膜する場合を例にとって説明する。図6に示すように、この成膜システムは、半導体ウエハWに対してTiN膜の成膜を実際に施す成膜装置102と、この成膜装置102内の雰囲気気を真空引きして排気する排気系構造104とにより主に構成される。

【0032】まず、成膜装置102について説明すると、この成膜装置102は、例えばアルミニウム製の筒体状の処理容器106を有している。この処理容器106内には、底部より支柱108を介して載置台110が設けられており、この上面に半導体ウエハWを載置して保持するようになっている。この載置台110は、例えば窒化アルミニウム等のセラミックスよりなり、内部には、半導体ウエハWを加熱する抵抗加熱ヒータ112が埋め込まれている。また、処理容器106の天井部には、原料ガス等の必要なガスを処理容器106内へ導入するシャワーヘッド114が設けられており、このシャワーヘッド114には、途中に供給側開閉弁116を介設したガス供給通路118が接続されて、それぞれ流量制御された $TiCl_4$ ガス、 $NH_3$ ガス、 $N_2$ ガス等の必要なガスを供給できるようになっている。尚、各ガスをそれぞれ独立した供給通路から供給するようにしてもよい。また、 $N_2$ ガスは例えば $TiCl_4$ ガスのキャリアガスとして用いられ、必要に応じて単独でも流すことができるようになっている。また、処理容器106の側壁には、ウエハWの搬出入を行なうゲートバルブ120が設けられ、底部周辺部には排気口122及びバイパス用排気口124が設けられる。

【0033】一方、上述のように形成された成膜装置102に接続される排気系構造104は、上記排気口122に接続される、例えば内径が10cm程度のステンレス製の排気通路130を有している。この排気通路130には、排気ガス中の不純物ガスを除去するためのトラップ機構132、処理容器106内の雰囲気気を真空引きする真空ポンプ134及び排気ガス中に残留する不純物ガスを完全に除去する除害装置136が、この順序で下流側に向けて順次介設されている。また、この排気通路130の最上流側には、排気通路130の流路面積を制御する圧力制御弁138及びこの排気通路130を開閉する第1排気用開閉弁140がそれぞれ介設される。こ

の第1排気用開閉弁140の直ぐ下流側の排気通路130と上記ガス供給通路118との間に、必要時に上記処理容器106を迂回させてガスを流すために、途中にバイパス開閉弁131を介設したバイパス通路133が接続されている。

【0034】また、トラップ機構132の直ぐ上流側及び下流側には、このトラップ機構132内を密閉する時に閉じる密閉用開閉弁142、144が設けられると共に、これらの直ぐ上流側及び下流側には、それぞれこのトラップ機構132を排気通路130に接続する時に接合する上流側フランジ継手146及び下流側フランジ継手148が設けられている。また、この下流側フランジ継手148と真空ポンプ134との間には、第2排気用開閉弁150が設けられている。そして、上記処理容器106のバイパス用排気口124とこの第2排気用開閉弁150の直ぐ下流側の排気通路130とを連絡するようにして排気バイパス通路152が設けられており、このバイパス通路152には、バイパス開閉弁154が介設されている。このバイパス通路152の内径は、メイン排気を行うことになる上記排気通路130の内径よりも遥かに小さく、例えば20mm程度に設定されており、後述するように逆拡散係数が大きい状態で処理容器106内を真空引きできるようになっている。

【0035】そして、上記第1排気用開閉弁140の直ぐ下流側の排気通路130には、本発明の特徴とする酸化性ガス導入手段160が接続されている。具体的には、この酸化性ガス導入手段160は、上記排気通路130内にその側壁を貫通させて先端を挿入したガスノズル162と、これに接続された酸化性ガス通路164と、酸化性ガス源166とにより構成される。そして、この酸化性ガス通路164には、酸化性ガス開閉弁168及び酸化性ガスの流量を制御する流量制御器170が順次介設される。この酸化性ガスとしては、反応副生成物を酸化して安定化させるガスであれば、どのようなガスでもよく、ここでは $O_2$ ガスを用いるが、他に $O_3$ （オゾン）、乾燥空気等々の酸素含有ガス、或いは $H_2O$ （水蒸気）を用いることができる。尚、このノズル162をトラップ機構132に設けて、この中に直接的に酸化性ガスを導入するようにしてもよい。

【0036】また、上記トラップ機構132の外周は筐体172として構成され、その内部には、常温の、或いは図示例のように冷却水により冷却される多数のフィン174が設けられ、このフィン174に反応副生成物等が付着して捕獲されることになる。トラップ機構132よりも上流側の排気通路130には、それぞれ図中点線で示すようにテープヒータ176が巻回されて、通路を所定の温度に加熱しており、通路内でガス成分が凝縮して液化することを防止している。また、上記ガス供給通路118及びバイパス通路133にも、同様に原料ガスの液化を防止するテープヒータ180が巻回されている。



る。

【0037】次に、以上のように構成された成膜装置と排気系構造に基づいて行なわれる不純物ガスの除去方法について図7及び図8も参照して説明する。まず、TiN膜の成膜時には、処理容器106内の載置台110上に半導体ウエハWを載置し、そして、これを所定の温度に昇温加熱維持する。これと同時に、シャワーヘッド114からTiCl<sub>4</sub>ガス、NH<sub>3</sub>ガス、N<sub>2</sub>ガス等の所定のガスを流量制御しつつ流し、処理空間内で反応させてTiN膜の成膜を行なう。これと同時に、排気系構造104も駆動して処理容器106内の雰囲気気を真空引きして内部を所定の圧力に維持する。

【0038】この時のプロセス条件に関しては、例えばウエハサイズが8インチサイズと仮定すると、プロセス圧力は39.9Pa(≒0.3Torr)、プロセス温度は680℃程度、TiCl<sub>4</sub>ガスの流量は30sccm程度、NH<sub>3</sub>ガスの流量は400sccm程度、N<sub>2</sub>ガス流量は340sccm程度である。上記TiN膜の成膜反応により、NH<sub>4</sub>ClやTiCl<sub>4</sub>(NH<sub>3</sub>)<sub>n</sub>などが反応副生成物として排気ガスと共に排気口122より排気通路130内へ流入してこれを流下し、排気ガスは更にトラップ機構132、真空ポンプ134及び除害装置136の順に順次流れて行く。また、未反応のTiCl<sub>4</sub>ガスも排気ガスと共に流下して行く。ここで、上記未反応ガスや反応副生成物ガスはトラップ機構132で冷却されて液化し、このトラップ機構132で除去されることになる。

【0039】また、このトラップ機構132にて除去しきれない不純物ガスは下流側に流れて除外装置136により略確実に除去されて排気ガスは無害化される。ここで、ある程度の枚数のウエハに対して成膜処理が完了すると、処理容器106の内壁面や載置台110の表面等にパーティクル発生の原因となる不要な膜が付着するので、定期的或いは不定期的にクリーニング処理を行って上記不要な膜を除去することになる。この場合、前述したように、クリーニングガスとして例えばClF<sub>3</sub>ガスを用い、このガスをシャワーヘッド114から処理容器106内へ供給しつつクリーニング効率を上げるために載置台110を例えば250℃に加熱維持し、容器内部を真空引きする。この時、トラップ機構132内を流れるClF<sub>3</sub>ガスはここで捕獲されていたTiCl<sub>4</sub>(NH<sub>3</sub>)<sub>n</sub>と反応して反応副生成物としてTiF<sub>4</sub>(NH<sub>3</sub>)<sub>n</sub>が生成されることになる。

【0040】このようにして、成膜処理とクリーニング処理とを適当回数繰り返して行くと、トラップ機構132には次第に上述したような反応副生成物が蓄積されてくるので、このトラップ機構132を排気系から取り外して反応副生成物を洗浄して除去する必要がある。ここで、何ら処理することなく、トラップ機構132を大気開放すると、反応副生成物が空気と接触して前

述した化1、化2に示す反応が生じて反応副生成物から人体に対して好ましく影響を与える不純物ガスが発生するので好ましくない。そこで、本発明では、トラップ機構132を排気系から取り外す前に、これに酸化性ガスとして例えばO<sub>2</sub>ガスを流して上記化1、化2に示す反応を予め生じさせ、反応副生成物を安定化させてからトラップ機構132を排気系から取り外すようにしている。この反応副生成物の安定化処理の一例について図7を参照しつつ具体的に説明する。

【0041】まず、成膜処理或いはクリーニング処理が終了したならば、成膜ガスやクリーニングガスの供給を停止し、そして、真空ポンプ134の回転は適当回転数を維持して真空引きを継続して行う(S1)。そして、載置台110の温度を室温程度まで下げると、この昇降温に時間を要してスループットの低下の原因となることから、ここでは載置台110の温度をプロセス温度に維持したまま、或いは室温よりも温度の高い所定のアイドリリング温度まで降温してその温度を維持したまま(S2)、この処理容器106内へ所定の流量のN<sub>2</sub>ガスを流しておく(S3)。このようにN<sub>2</sub>ガスを流す理由は、高温状態の処理容器106の壁面や載置台110から発生する不要な金属成分やガス成分を排除するためである。

【0042】次に、まず、排気通路130の第1排気用開閉弁140を閉にして排気通路130を遮断すると共に、排気バイパス通路152のバイパス開閉弁を開にしてこの排気バイパス通路152を連通させる(S4)。これにより、処理容器106内へ供給されていたN<sub>2</sub>ガスはメイン排気通路130よりも内径の細い排気バイパス通路152を介して真空ポンプ134により真空引きされることになる。この状態を維持しつつ、次に、酸化性ガス通路164に介設してある酸化性ガス開閉弁168を開にして所定の流量で酸化性ガス、すなわちO<sub>2</sub>ガスを供給する(S5)。このO<sub>2</sub>ガスは、トラップ機構132内に流れ込んで更に下流側へ真空引きされて行くが、トラップ機構132内にてここに捕獲されている前述した反応副生成物と接触して先に示したような化1、化2の反応が行われて安定化して行く。すなわち、化1、化2に示したようにTiCl<sub>4</sub>(NH<sub>3</sub>)<sub>n</sub>やTiF<sub>4</sub>(NH<sub>3</sub>)<sub>n</sub>はO<sub>2</sub>と反応してTiO<sub>2</sub>、HCl、HF、NH<sub>3</sub>ガスを発生させるが、TiO<sub>2</sub>は安定な化合物であってトラップ機構132内に固着しており、また、HCl、HF、NH<sub>3</sub>はそれぞれガス化して下流側に流れて行き、除外装置136にてそれぞれ無害化されることになる。この時のトラップ機構132内は例えば665Pa(5Torr)程度である。そして、このような反応副生成物の安定化処理を十分な長さだけ所定の時間、例えば数時間程度行ったならば(S6)、先の酸化性ガス開閉弁168を閉にしてトラップ機構132に対するO<sub>2</sub>ガスの供給を停止する(S7)。

【0043】次に、排気通路130の下流側の第2排気用開閉弁150を閉にすると共に(S8)、トラップ機構132の上下流側の両密閉用開閉弁142、144を閉にしてトラップ機構132内を密閉状態としてこれを孤立化させる(S9)。次に、トラップ機構132を排気系に接続している両フランジ継手146、148を緩めてトラップ機構132を排気通路130から取り外す(S10)。この状態では、前述したように処理容器106内へは $N_2$ ガスが供給されて排気バイパス通路152を介して継続して真空引きされている。そして、取り外したトラップ機構132を所定の場所にて開放して内部に付着している $TiO_2$ 等を洗浄して除去すればよい(S11)。この際、上記した反応副生成物は酸化されて $TiO_2$ 等に変換されて安定化しているので、トラップ機構132の開放時に、人体に対して好ましくならざる影響を与える不純物ガスがほとんど発生することはない。

【0044】このように、本発明ではトラップ機構132を排気通路130から取り外す前に、トラップ機構132内へ酸化性ガスを供給して捕獲されている反応副生成物を酸化させて安定化しうるので、トラップ機構130を取り外してからこの内部を安全に洗浄することが可能となる。また、酸化性ガスが逆流して処理容器106内に入ると、この壁面等に付着していたプリコート膜に悪影響を与えるので好ましくないが、本実施例では酸化性ガス供給中は、排気バイパス通路152を介して逆拡散係数大きい状態で処理容器106内を真空引きしているので、酸化性ガスが処理容器106内へ逆流することを防止でき、従って、載置台110を加熱状態でトラップ機構132の取り外し洗浄を行うことができることから、スループットも向上させることができる。

【0045】ここで上記排気バイパス通路152の逆拡散係数について説明する。上記した処理中において排気バイパス通路152におけるペクレ数 $Pe$ が10以上であれば、一応、酸化性ガスが逆拡散して処理容器106内へ逆流することは略生じないものと経験的に略実証されている。ここで、ペクレ数 $Pe$ とは無次元数で逆拡散係数と呼ばれるものであり、次の式で表される。

$$Pe = V_s \cdot L_s / D$$

ここで、 $V_s$ は排気バイパス通路152内のガスの流速、 $L_s$ は排気バイパス通路152の長さ、 $D$ はガスの拡散定数(相互拡散)である。本実施例において、排気バイパス通路152の長さを2.5m程度、内径を20mm程度に設定すると $Pe \approx 170$ 程度となり、このペクレ数は"10"よりも十分に大きいことから、酸化性ガスの処理容器106内への逆流は略確実に阻止することができる。

【0046】また、ここでは例えば665Paの圧力で所定の時間、例えば数時間だけ $O_2$ ガスを流すことにより反応副生成物の安定化処理を行ったが、これに限定さ

れず、図8に示すように酸化性ガスを加圧状態でトラップ機構内に一時的に閉じ込めるステップとこれを排気するステップとを繰り返すようにしてもよい。この図8に示すフローは、図7に示すフロー中のA1～A2のステップを入れ替えたフローとなる。すなわち、図7中のS4に示す工程が終了したら、すなわち第1排気用開閉弁140を閉にし、且つバイパス用開閉弁154を開にしたならば、図8中のS21に示すように、第2排気用開閉弁150を閉にし、且つ酸化性ガス開閉弁168を開にして $O_2$ ガスをトラップ機構132内へ流し込んでこれを貯留する。尚、第2排気用開閉弁150に代えて、下流側の密閉用開閉弁144を閉にしてもよい。

【0047】この $O_2$ ガスの貯留はトラップ機構132内が所定の圧力、例えば大気圧になるまで行う(S22)。そして、トラップ機構132内が大気圧になったならば、上記酸化性ガス開閉弁168を閉にして $O_2$ ガスの供給を停止すると共に、トラップ機構132を孤立化させる(S23)。尚、この酸化性ガス開閉弁168に代えて上流側の密閉用開閉弁142を閉にしてもよい。このようにして、 $O_2$ ガスを真空引き時よりも高い圧力、すなわち大気圧下で所定の時間だけ閉じ込めておくことにより、トラップ機構132内の反応副生成物の酸化安定化反応は、単に $O_2$ ガスを流していた場合と比較して促進されることになる。このように所定の時間、例えば20～40分程度の閉じ込めが終了したならば(S24のYES)、第2排気用開閉弁150を開にして、トラップ機構132内で発生した不純物ガス成分を真空引きする(S25)。この時、酸化性ガス開閉弁168を開にして $O_2$ ガスも流して不純物ガスの排出を促進させるようにしてもよい。このようにフロー中のA1から今までの一連の工程を所定の回数を行うまで(S26のNO)、上記S21～S25の各ステップを繰り返す。そして、これらの一連のステップを所定の回数、例えば回程度繰り返し行ったら、図7に示すステップS8へ移行する。

【0048】このように、トラップ機構132内に真空引きよりも高い圧力で酸化性ガスを閉じ込めたり、これを排気する操作を複数回行うことにより、反応副生成物の安定化をより迅速に行うことが可能となる。尚、図8に示すフローにおいては、 $O_2$ ガスをトラップ機構132内へ閉じ込めた状態で所定の時間放置するようにしたが、これに限定されず、所定の時間経過することなく直ちに排気するようにしてもよい。また、本実施例ではスループット向上の見地より、載置台110を加熱した状態で反応副生成物の安定化及びトラップ機構の洗浄を行ったが、これに限定されず、載置台110を室温まで完全に冷却してから、上記したような一連の操作を行ってもよい。

【0049】また、ここでは反応副生成物を安定化後、トラップ機構132を排気系より取り外して洗浄するこ

とにしたが、これに限定されず、 $O_2$  ガス導入による反応副生成物の安定化処理を行ったならば、トラップ機構 1 3 2 の取り外し洗浄を行うことなく、直ちに通常の成膜処理を行うようにしてもよい。これによれば、 $O_2$  ガス導入による反応副生成物の安定化処理により、トラップ機構 1 3 2 内の内容物の体積を低減でき、その分、トラップ機構 1 3 2 の取り外し洗浄サイクルを長くでき、このトラップ機構 1 3 2 の長寿命も図ることが可能となる。また、ここでは  $TiN$  膜を成膜する場合を例にとって説明したが、例えば  $TiCl_4$  ガスと  $H_2$  ガスとを用いて  $Ti$  膜を成膜する場合にも適用することができる。この場合には、特に、 $Ti$  膜成膜後に  $NH_3$  ガスを流して表面窒化処理を行うので、上述したと全く同様な化学反応を生ずることになる。

【0050】更には、ここでは高融点金属ハロゲン化合物ガスとして  $TiCl_4$  ガスを用いた場合を例にとって説明したが、他の化合物、例えば  $WF_6$  を用いた場合にも適用することができる。例えば  $WF_6$  ガスと  $NH_3$  ガスを用いて  $WN$  膜を形成する場合、 $WF_6$  ガスと  $SiH_4$  ガスを用いてタングステン膜を形成する場合、 $WF_6$  ガスと  $SiH_2Cl_2$  ガスを用いて  $WSi$  膜を形成する場合等にも、本発明を適用することができる。また、高融点金属化合物ガスとして高融点金属有機化合物ガスの  $(Ta(OE)_5)_2$  (ペントエトキシタantal) ガスを用いた場合は、 $(Ta(OE)_5)_2$  と  $O_2$  により、 $Ta_2O_5$  膜を形成する場合にも、本発明は適用可能である。

【0051】また、図9に示すように、上記酸化性ガス源 1 6 6 や酸化性ガス通路 1 6 4 やガスノズル 1 6 2 等よりなる酸化性ガス導入手段 1 6 0 を、図1に示した排気系構造 4 の排気通路 3 0、或いはトラップ機構 3 2 に接続するようにしてもよい(図示例では排気通路 3 0 に接続している)。この場合にも、バイパス開閉弁 1 5 4 を途中に介した排気バイパス通路 1 5 2 を、処理容器 6 に形成したバイパス用排気口 1 2 4 と真空ポンプの直ぐ上流側とを接続して形成するのがよい。尚、他の開閉弁等の記載は省略している。これによれば、反応ガス導入手段 4 4 から供給した  $NH_3$  ガスと反応して生成されたトラップ機構 3 2 内の反応副生成物を、前述したように酸化させて、これを安定化させることができる。尚、上記各実施例では、被処理体として半導体ウエハを例にとって説明したが、これに限定されず、ガラス基板、LCD 基板等にも適用できるのは勿論である。

【0052】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の成膜装置の排気系構造及び不純物ガスの除去方法によれば、次のように優れた作用効果を発揮することができる。請求項 1、3、4 及び 6 の発明によれば、反応ガス導入手段から反応ガスをトラップ機構、或いはその上流側の排気通路内へ導入するようにしたので、この反応ガスは排気ガ

ス中の不純物ガスと反応して、これよりも蒸気圧が小さな反応生成物となり、この反応生成物は、元の不純物ガスよりも蒸気圧が小さいので、トラップ機構により容易に凝縮させて液化し、捕獲することができる。請求項 2 の発明によれば、排気ガスがトラップ機構に到達するまでの間に、反応ガスと排気ガスとの混合拡散が促進されるので、その分、反応が促進し、高融点金属化合物ガス等の不純物ガスをより確実に捕獲して除去することができる。請求項 5、7、9、12、13 の発明によれば、トラップ機構を排気系から外す前に、この排気系に酸化性ガスを流すことにより不安定な反応副生成物を酸化してこれを安定化させることができる。これにより、トラップ機構を排気系より取り外して、これを安全に開放して内部を洗浄等することができる。請求項 8 及び 10 の発明によれば、成膜装置側へ酸化性ガスが逆拡散して流入することを防止することができるので、例えば成膜装置の処理容器内壁等に形成してあるプリコート膜等が酸化性ガスにより変質されることを防止することができる。請求項 11 の発明によれば、真空引き時よりも高い圧力で酸化性ガスをトラップ機構内に閉じ込めるようにしているので、反応副生成物と酸化性ガスとの反応が促進されることになり、反応副生成物の安定化操作を迅速に行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る成膜装置の排気系構造を示す構成図である。

【図2】反応ガスノズルの取り付け状態を示す断面図である。

【図3】 $TiCl_4$ 、 $TiCl_3$ 、 $NH_4Cl$  の蒸気圧曲線を示す図である。

【図4】反応ガスノズルの変形例を示す図である。

【図5】反応ガスノズルをトラップ機構に設けたときの状態を示す図である。

【図6】本発明に係る成膜装置の排気系構造の他の実施例を示す構成図である。

【図7】本発明の不純物ガスの除去方法の一例を示すフローである。

【図8】本発明の不純物ガスの除去方法の他の一例を示すフローである。

【図9】本発明に係る成膜装置の排気系構造の更に他の実施例を示す構成図である。

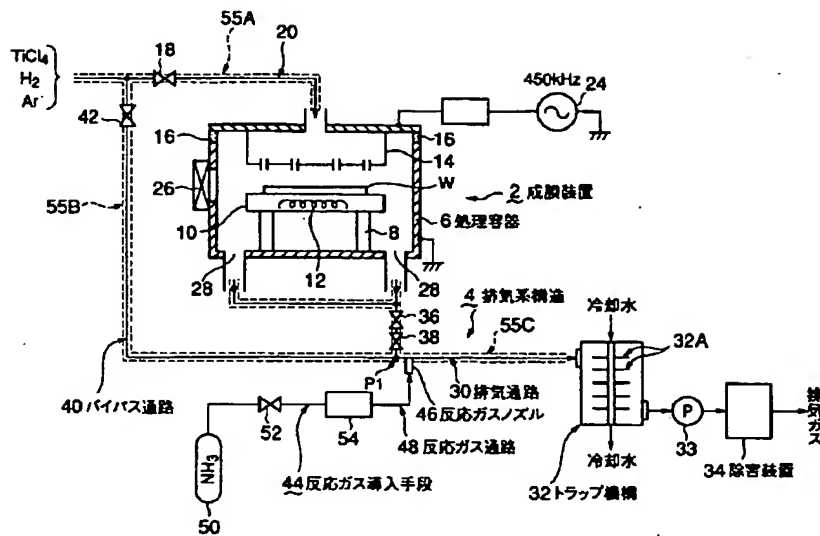
【符号の説明】

- 2 成膜装置
- 4 排気系構造
- 6 処理容器
- 10 載置台
- 14 シャワーヘッド
- 20 ガス供給通路
- 30 排気通路
- 32 トラップ機構

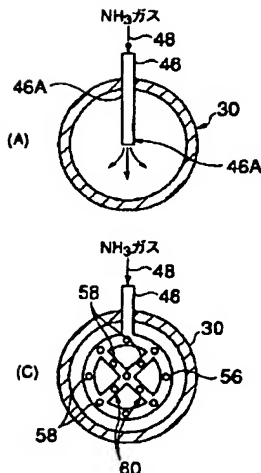
33 真空ポンプ  
34 除害装置  
40 バイパス通路  
44 反応ガス導入手段  
46 反応ガスノズル  
48 反応ガス通路  
50 反応ガス源  
52 反応ガス開閉弁  
54 流量制御弁  
102 成膜装置  
104 排気系構造  
106 処理容器  
110 載置台

114 シャワーヘッド  
130 排気通路  
132 トラップ機構  
134 真空ポンプ  
136 除害装置  
152 バイパス通路  
160 酸化性ガス導入手段  
162 ガスノズル  
164 酸化性ガス通路  
166 酸化性ガス源  
168 酸化性ガス開閉弁  
W 半導体ウエハ (被処理体)

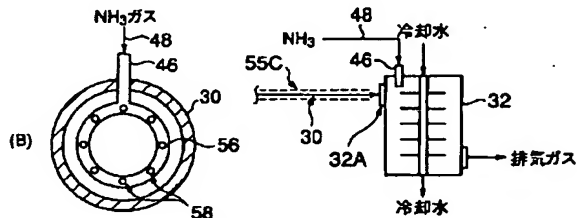
【図1】



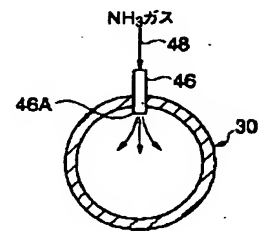
【図4】



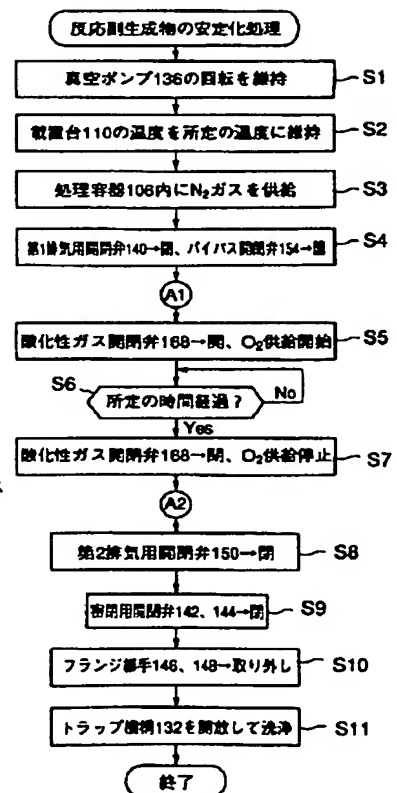
【図5】



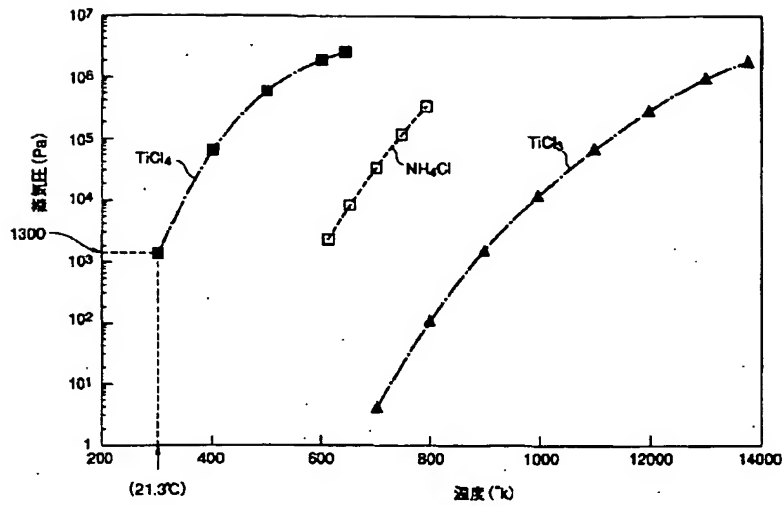
【図2】



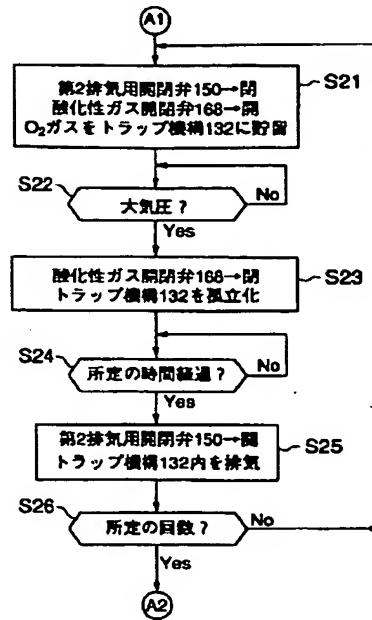
【図7】



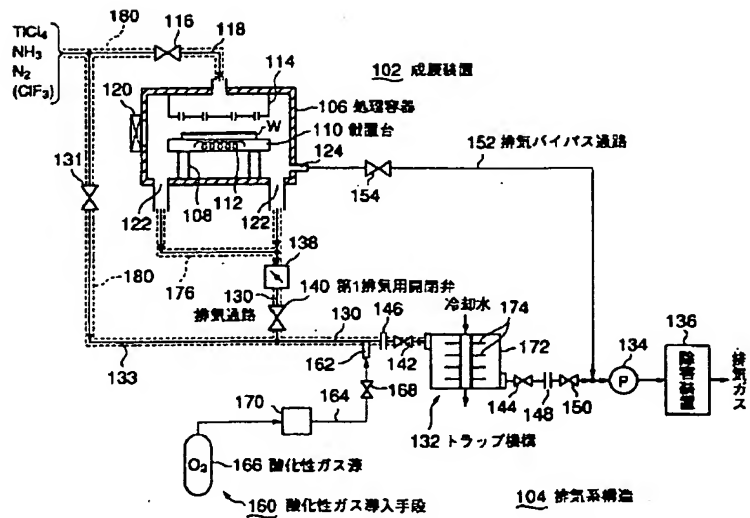
【図3】



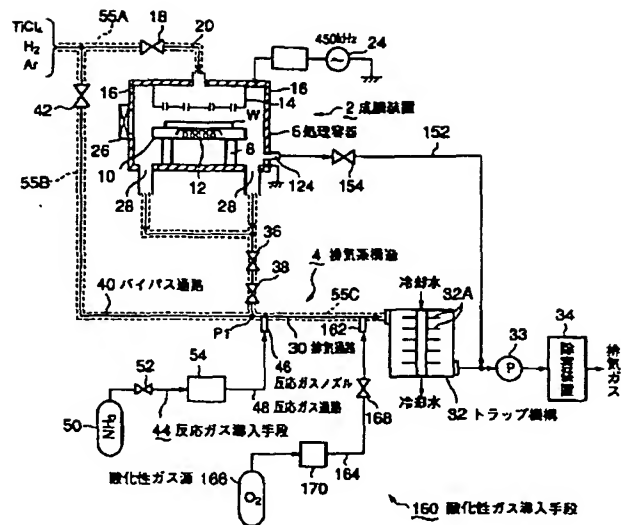
【図8】



【図6】



【図9】



フロントページの続き

(72)発明者 波多野 達夫  
山梨県韮崎市穂坂町三ツ沢650番地 東京  
エレクトロン山梨株式会社内  
(72)発明者 内藤 洋右  
山梨県韮崎市藤井町北下条2381番地の1  
東京エレクトロン山梨株式会社内

(72)発明者 津田 栄之輔  
山梨県韮崎市藤井町北下条2381番地の1  
東京エレクトロン山梨株式会社内  
Fターム(参考) 4K030 AA03 BA17 BA18 BA20 CA04  
CA12 DA06 EA11 KA49  
5F045 AA08 AC02 AC03 AC11 AC12  
BB08 EC07 EC09 EF02 EG07  
EG08 EH05